

DOCKET NO.: 215240 US

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: HIRAMATSU Yasuji et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP01/01406

INTERNATIONAL FILING DATE: February 26, 2001

FOR: ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY, CERAMIC SUBSTRATE, CERAMIC HEATER
AND ELECTROSTATIC CHUCK

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

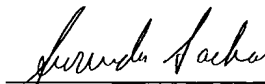
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2000-048262	24 February 2000
Japan	2000-048338	24 February 2000
Japan	2000-202826	04 July 2000
Japan	2000-361768	28 November 2000
Japan	2000-367541	01 December 2000

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP01/01406.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423



22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 1/97)

100 85 111 1100

日 本 国 特 許 庁 21.03.01
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

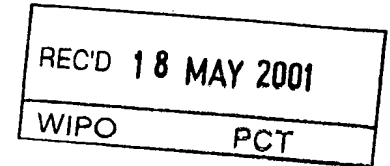
2000年 2月24日

出 願 番 号

Application Number:

09/926362

特願2000-048262



出 願 人

Applicant(s):

イビデン株式会社

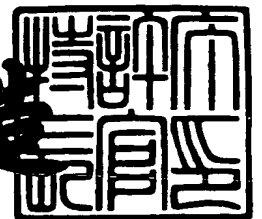
JP01/1406
EKU

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 4月27日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



【書類名】 特許願

【整理番号】 IB242

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C04B 35/58

【発明者】

 【住所又は居所】 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 1 - 1 イビデン株式会社内

 【氏名】 平松 靖二

【発明者】

 【住所又は居所】 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 1 - 1 イビデン株式会社内

 【氏名】 伊藤 康隆

【特許出願人】

 【識別番号】 000000158

 【氏名又は名称】 イビデン株式会社

 【代表者】 岩田 義文

【代理人】

 【識別番号】 100086586

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 安富 康男

【選任した代理人】

 【識別番号】 100104813

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 古谷 信也

【選任した代理人】

 【識別番号】 100108431

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 村上 加奈子

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 033891

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9705255

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体およびセラミック基板

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 イオウを含有していることを特徴とする窒化アルミニウム焼結体

。

【請求項 2】 前記イオウの含有量は、0.05～200ppmである請求項 1 に記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 3】 前記窒化アルミニウム焼結体中には、酸素が含有されている請求項 1 または 2 に記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 4】 その内部または表面に導体層を有するセラミック基板において、前記セラミック基板は窒化物セラミックからなり、前記窒化物セラミック中にはイオウが含有されていることを特徴とするセラミック基板。

【請求項 5】 前記イオウの含有量は、0.05～200ppmである請求項 4 に記載のセラミック基板。

【請求項 6】 前記セラミック基板中には、酸素が含有されている請求項 4 または 5 に記載のセラミック基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、主に、ホットプレート（セラミックヒータ）、静電チャック、ウエハプローバなど、半導体の製造用や検査用の装置に用いられるセラミック基板に好適な窒化アルミニウム焼結体および該焼結体等の窒化物セラミックの内部または表面に導体層が形成されたセラミック基板に関する。

【0002】

【従来の技術】

エッチング装置や、化学的気相成長装置等を含む半導体製造、検査装置等においては、従来、ステンレス鋼やアルミニウム合金などの金属製基材を用いたヒータや、ウエハプローバ等が用いられてきた。

しかしながら、金属製のヒータでは温度制御特性が悪く、また厚さも厚くなるた

め重く嵩張るという問題があり、さらに、腐食性ガスに対する耐蝕性も悪いという問題を抱えていた。

【0 0 0 3】

このような問題を解決するため、金属製のものに代えて、窒化アルミニウムなどのセラミックを使用したヒータが開発されてきた。

このようなセラミックヒータでは、セラミック基板自体の剛性が高いため、その厚さを余り厚くしなくても、基板の反り等を防止することができるという利点を有している。

【0 0 0 4】

このような従来技術として、特開平 1 1 - 4 0 3 3 0 号公報には、窒化物セラミックの表面に発熱体を設けたヒータが開示されている。

また、特開平 9 - 4 8 6 6 9 号公報には、黒色化した窒化アルミニウムを使用したヒータが開示されている。

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、本発明者らの試験では、これらの窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウム焼結体の表面や側面からセラミック粒子が脱落してパーティクルが発生し、半導体ウエハに付着するという問題が見られた。

【0 0 0 6】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、パーティクルが発生しないようにするにはどのようにすればよいかを検討した結果、表面を他の物質等で被覆したりするのではなく、セラミック粒子境界の密着性それ自体を改善すればよいことを想起し、このための具体的方法としては、セラミック粉末にイオウを添加して成形体を作成した後、焼成すればよいことを見出し本発明を完成するに至った。

【0 0 0 7】

本発明の窒化アルミニウム焼結体は、イオウを含有することを特徴とする。

また、本発明のセラミック基板は、その内部または表面に導体層を有するセラミック基板において、上記セラミック基板は窒化物セラミックからなり、上記窒化

物セラミック中にはイオウが含有されていることを特徴とする。

【0008】

このような窒化アルミニウム焼結体または窒化物セラミックからなるセラミック基板において、イオウを含有させることによりセラミック粒子境界の密着性が改善される理由は明確ではないが、イオウが窒化物セラミックの液相焼結反応を促進させるか、あるいはイオウが酸素やセラミック構成元素（例えば、窒化アルミニウムではAl、窒化珪素ではSi）と化合物を形成してセラミック粒子同士を強固に結合させるのではないかと推定している。

【0009】

図10は、イオウを含有する窒化アルミニウム焼結体の破壊断面を示す走査型電子顕微鏡（SEM）写真であるが、図10に示したように、その破壊断面は、粒内破壊（粒子の境界ではなく、粒子内部で破壊が生じる破壊現象、粒子内破壊と同義である）の性状を呈している。

本発明の窒化アルミニウム焼結体またはセラミック基板では、破壊断面が粒内破壊であるため、みかけ上欠陥がなく、曲げ強度が高いと考えられる。

【0010】

一方、図11は、従来の窒化アルミニウム焼結体の破壊断面を示すSEM写真であるが、図11に示したように、その破壊断面は粒界破壊（粒子の境界で破壊が生じる現象）の性状を呈しており、このように粒子同士の結合力が余り大きくないため、焼結体に何らかの外的または熱的な応力が作用したり、化学的な力が作用したりすると、粒子の脱落が生じ、パーティクルが発生しやすかったが、本発明ではこのような問題を解決することができる。

【0011】

さらに、本発明の窒化アルミニウム焼結体、セラミック基板が、イオウと酸素とを含有している場合には、酸素とイオウとを含有するセラミック粉末を焼成する際、このイオウと酸素とが触媒として作用するか、あるいはイオウと酸素とがAlやSiと結合して粒子間を架橋する化合物をつくり、セラミック粒子間を強固に結合すると推定される。このため、粒子が脱落しにくくなり、パーティクルの発生を抑制できると考えられる。

【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】

本発明の窒化アルミニウム焼結体は、イオウを含有することを特徴としている。

【 0 0 1 3 】

上記イオウの含有量は、いわゆるグロー放電ーマススペクトル法（GD-MS法）による測定で、0.05～200ppm（重量、以下すべて重量）が望ましい。0.05ppm未満では、セラミック粒子間を結合させる効果が乏しく、200ppmを超えると逆に焼結性を低下させてしまい、セラミック粒子間の結合が弱くなることがある。即ち、0.05～200ppmが、本発明の効果が発揮されるのに適した範囲であると言える。

【 0 0 1 4 】

特にイオウの含有量は0.1～100ppmが最適である。窒化アルミニウムの焼結を阻害せず、セラミックの破壊断面を粒内破壊に調整することができるからである。イオウは、焼結体内でS原子、Sイオン、または、イオウ化合物の形で存在していてもよく、従って、焼結体を製造する際に、上記化合物を原料粉末中に添加することができる。上記イオウ化合物としては、例えば、ポリエーテルスルホン（PES）、ポリフェニレンスルフィド（PPS）、ポリスルホン（PSF）等の熱可塑性樹脂、硫酸カルシウム、硫酸ナトリウム、硫化亜鉛、硫化鉄、硫化カルシウム（CaS）等の無機化合物等が挙げられる。これらは単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。

【 0 0 1 5 】

また、上記アルミニウム焼結体は酸素を含有していることが望ましく、その含有量は、0.1～10重量%であることが望ましい。酸素含有量が0.1重量%未満では焼結性が悪くなって、粒子境界に欠陥が生じやすく、高温での曲げ強度が低下する場合があります。一方、10重量%を超えると、酸素自体が欠陥となって高温での強度が低下する場合がありますからである。

【 0 0 1 6 】

上記酸素の含有量は、原料粉末を空気、酸素中で加熱するか、酸化物焼結助剤を添加して調整する。

上記焼結助剤としては、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物を使用することができ、これらの焼結助剤のなかでは、特に CaO 、 Na_2O 、 Li_2O 、 Rb_2O が好ましい。また、アルミナ、シリカを使用してもよい。これらの含有量としては、0.1～20重量%が望ましい。

【0017】

上記窒化アルミニウム焼結体の気孔率は、0または5%以下であることが望ましい。気孔率が5%を超えると熱伝導率が低下したり、高温で反りが発生するからである。

また、気孔が存在しない場合は、高温での帯電圧が特に高くなり、逆に気孔が存在する場合は、破壊靱性値が高くなる。このため、どららの設計にするかは、要求特性を考慮して決定すればよい。

気孔が存在することにより破壊靱性値が高くなる理由は明確ではないが、クラックの伸展が気孔により止められるであると推定している。

気孔率は、アルキメデス法により測定することが望ましい。この方法では、焼結体を粉砕して比重を求め、真比重と見かけの比重とから気孔率を計算する。

【0018】

上記窒化アルミニウム焼結体に気孔が存在する場合は、その最大気孔の気孔径が $50\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。

最大気孔の気孔径が $50\mu\text{m}$ を超えると高温、特に、 200°C 以上での耐電圧特性を確保することができなくなる場合があるからである。

最大気孔の気孔径は $10\mu\text{m}$ 以下であることがより望ましい。 200°C 以上での反り量が小さくなるからである。

上記気孔率や最大気孔の気孔径は、焼結時の加圧時間、圧力、温度、 SiC や BN などの添加物で調整する。 SiC や BN は焼結を阻害するため、気孔を導入させることができる。

【0019】

最大気孔の気孔径の測定は、試料を5個用意し、その表面を鏡面研磨し、2000から5000倍の倍率で表面を電子顕微鏡で10箇所撮影することにより行う。そして、撮影された写真で最大の気孔径を選び、50ショットの平均を最大気

孔の気孔径とする。

【 0 0 2 0 】

また、本発明の窒化アルミニウム焼結体では、25～800℃までの温度範囲におけるヤング率が280GPa以上であることが望ましい。

ヤング率が280GPa未満であると、剛性が低すぎるため、板状体とした際の加熱時の反り量を小さくすることが困難となるからである。

【 0 0 2 1 】

上記窒化アルミニウム焼結体は、50～5000ppmのカーボンを含有していることが望ましい。

カーボン含有させることにより、窒化アルミニウム焼結体を黒色化することができ、セラミックヒータとして使用する際に輻射熱を充分に利用することができるからである。

上記カーボンは、非晶質のものであっても、結晶質のものであってもよい。非晶質のカーボンを使用した場合には、高温における体積抵抗率の低下を防止することができ、結晶質のものを使用した場合には、高温における熱伝導率の低下を防止することができるからである。従って、用途によっては、結晶質のカーボンと非晶質のカーボンの両方を併用してもよい。また、カーボンの含有量は、200～2000ppmがより望ましい。

【 0 0 2 2 】

非晶質のカーボンは、例えば、C、H、Oだけからなる炭化水素、好ましくは、糖類を、空气中で焼成することにより得ることができ、結晶質のカーボンとしては、グラファイト粉末等を用いることができる。

また、アクリル系樹脂を不活性雰囲気下で熱分解させた後、加熱加圧することによりカーボンを得ることができ、このアクリル系樹脂の酸価を変化させることにより、結晶性（非晶性）の程度を調整することもできる。

【 0 0 2 3 】

また、本発明の窒化アルミニウム焼結体中にカーボン含有させる場合には、その明度がJIS Z 8721の規定に基づく値でN4以下となるようにカーボン含有させることが望ましい。この程度の明度を有するものが、セラミックヒ

ータとして使用する際に、輻射熱量および内部に埋設する導体層等の隠蔽性に優れるからである。

【 0 0 2 4 】

ここで、明度のNは、理想的な黒の明度を0とし、理想的な白の明度を10とし、これらの黒の明度と白の明度との間で、その色の明るさの知覚が等歩度となるように各色を10分割し、N0～N10の記号で表示したものである。

実際の明度の測定は、N0～N10に対応する色票と比較して行う。この場合の小数点1位は0または5とする。

【 0 0 2 5 】

本発明の窒化アルミニウム焼結体は、以下に説明する本発明のセラミック基板に用いることができ、特に半導体製造・検査装置用セラミック基板として最適である。

【 0 0 2 6 】

次に、本発明のセラミック基板について説明する。

本発明のセラミック基板は、その内部または表面に導体層を有するセラミック基板において、上記セラミック基板は窒化物セラミックからなり、上記窒化物セラミック中にはイオウが含有されていることを特徴とする。

【 0 0 2 7 】

上記窒化物セラミック中のイオウの含有量は、上記窒化アルミニウム焼結体と同様に、GD-MSS法による測定で、0.05～200ppmが望ましく、0.1～100ppmが最適である。イオウは、窒化物セラミック内でS原子、Sイオン、または、イオウ化合物の形で存在していてもよく、従って、セラミック基板を製造する際に、上記化合物を原料粉末中に添加することができる。

上記イオウ化合物としては、上記窒化アルミニウム焼結体の場合と同様のもの等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

また、上記セラミック基板中に酸素を含有させる場合、酸素の含有量は、窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、0.1～10重量%であることが望ましい。酸素の含有量は、原料粉末を空気、酸素中で加熱するか、酸化物焼結助剤を添加

して調整する。上記焼結助剤としては、窒化アルミニウム焼結体の場合と同様のもの等が挙げられる。

【 0 0 2 9 】

上記セラミック基板の気孔率は、窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、0 または 5 % 以下であることが望ましい。上記気孔率が 5 % を超えると熱伝導率が低下したり、高温で反りが発生するからである。

また、気孔が存在しない場合は、高温での帯電圧が特に高くなり、逆に気孔が存在する場合は、破壊靱性値が高くなる。このため、どららの設計にするかは、要求特性を考慮して決定すればよい。

【 0 0 3 0 】

上記セラミック基板に気孔が存在する場合、その最大気孔の気孔径は、窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、5 0 μ m 以下であることが望ましい。

【 0 0 3 1 】

上記セラミック基板の 2 5 ~ 8 0 0 $^{\circ}$ C までの温度範囲におけるヤング率は、窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、2 8 0 G P a 以上であることが望ましい。

【 0 0 3 2 】

また、上記セラミック基板は、上記窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、5 0 ~ 5 0 0 0 p p m のカーボンを含有していることが望ましく、2 0 0 ~ 2 0 0 0 p p m のカーボンを含有していることがより望ましい。カーボンは、上記窒化アルミニウム焼結体の場合と同様、非晶質のものであっても、結晶質のものであってもよい。

【 0 0 3 3 】

窒化アルミニウム焼結体中にカーボンを含有させる場合も、上記窒化アルミニウム焼結体の場合と同様に、その明度が J I S Z 8 7 2 1 の規定に基づく値で N 4 以下となるようにカーボンを含有させることが望ましい。この程度の明度を有するものが輻射熱量および内部に埋設する導体層等の隠蔽性に優れるからである。

【 0 0 3 4 】

本発明のセラミック基板は、その厚さが 5 0 m m 以下が望ましい。

セラミック基板の厚さが 5 0 m m を超えると、セラミック基板の熱容量が大きくなり、特に、温度制御手段を設けて加熱、冷却すると、熱容量の大きさに起因して温度追従性が低下してしまう。

セラミック基板の厚さは、2 0 m m 以下がより望ましい。2 0 m m を超えると、やはり熱容量が十分に小さいとは言えず、温度制御性、半導体ウエハを載置する面（以下、ウエハ載置面という）の温度均一性が低下しやすくなる。

また、1 ～ 5 m m が最適である。

【 0 0 3 5 】

本発明のセラミック基板の直径は 2 0 0 m m を超えるものが望ましい。特に 1 2 インチ（3 0 0 m m ）以上であることが望ましい。次世代の半導体ウエハの主流となるからである。

【 0 0 3 6 】

本発明のセラミック基板を構成する窒化物セラミックとしては、金属窒化物セラミック、例えば、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化チタン等が挙げられる。これらのなかでは、上記した窒化アルミニウムが望ましい。

【 0 0 3 7 】

本発明のセラミック基板は、例えば、半導体の製造や半導体の検査を行うための装置に用いられる半導体製造・検査装置用セラミック基板として用いるのに適しており、具体的な装置としては、例えば、静電チャック、ウエハプローバ、ホットプレート（セラミックヒータ）、サセプタ等が挙げられる。

また、本発明のセラミック基板は、1 5 0 ℃以上、望ましくは 2 0 0 ℃以上の温度領域で 사용할 ことができる。

【 0 0 3 8 】

本発明のセラミック基板がセラミックヒータとして使用される場合、その内部または表面に有する導体層は、発熱体であり、0 . 1 ～ 1 0 0 μ m 程度の金属層であってもよく、発熱線であってもよい。また、静電チャックとして使用される場合は、導体層は静電電極であり、R F 電極や発熱体が静電電極の下部であって、セラミック基板内に導体層として形成されていてもよい。

本発明では、発熱体は、加熱面の反対側から 6 0 % 以内の位置に配置されること

が望ましい。これは、発熱体から加熱面までの距離を確保して、加熱面の温度の均一性を確保するためである。

さらに、ウエハプローバとして使用される場合は、表面に導体層としてチャックトップ導体層が形成されており、内部にはガード電極、グランド電極が導体層として形成されている。

【 0 0 3 9 】

なお、本発明のセラミック基板では、半導体ウエハをセラミック基板のウエハ載置面に接触させた状態で載置するほか、半導体ウエハを支持ピンなどで支持し、セラミックス基板との間に一定の間隔を保って保持する場合もある。

【 0 0 4 0 】

図 9 は、本発明のセラミック基板の一例であるセラミックヒータを模式的に示す部分拡大断面図である。

図 9 では、貫通孔 9 5 に支持ピン 9 6 が挿通され、シリコンウエハ 9 9 を保持している。支持ピン 9 6 を上下することにより、搬送機からシリコンウエハ 9 9 を受け取ったり、シリコンウエハ 9 9 をセラミック基板 9 1 上に載置したり、シリコンウエハ 9 9 を支持したまま加熱したりすることができる。また、セラミック基板 9 1 の底面 9 1 a には、発熱体 9 2 が形成され、その発熱体 9 2 の表面には金属被覆層 9 2 a が設けられている。また、有底孔 9 4 が設けられているが、ここには、熱電対を挿入する。シリコンウエハ 9 9 は、ウエハ加熱面 9 1 b 側で加熱される。

本発明では、セラミックヒーターを構成するセラミック基板 9 1 がイオウまたはイオウと酸素とを含有しているため、粒子間の結合力が強く、粒子の脱落が極めて少ないので、シリコンウエハにパーティクルが付着するのを防止することができる。

【 0 0 4 1 】

図 1 は、本発明の半導体装置用セラミック基板の一実施形態である静電チャックの一例を模式的に示した縦断面図であり、図 2 は、図 1 に示した静電チャックにおける A - A 線断面図であり、図 3 は、図 1 に示した静電チャックにおける B - B 線断面図である。

【 0 0 4 2 】

この静電チャック 1 0 1 では、平面視円形状のセラミック基板 1 の内部に、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とからなる静電電極層が埋設されている。また、静電チャック 1 0 1 上には、シリコンウエハ 9 が載置され、接地されている。

【 0 0 4 3 】

この静電電極層上に、該静電電極層を被覆するように形成されたセラミック層は、シリコンウエハを吸着するための誘電体膜として機能するので、以下においては、セラミック誘電体膜 4 ということとする。

【 0 0 4 4 】

図 2 に示したように、チャック正極静電層 2 は、半円弧状部 2 a と櫛歯部 2 b とからなり、チャック負極静電層 3 も、同じく半円弧状部 3 a と櫛歯部 3 b とからなり、これらのチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とは、櫛歯部 2 b 、 3 b を交差するように対向して配置されており、このチャック正極静電層 2 およびチャック負極静電層 3 には、それぞれ直流電源の + 側と - 側とが接続され、直流電圧 V_2 が印加されるようになっている。

【 0 0 4 5 】

また、セラミック基板 1 の内部には、シリコンウエハ 9 の温度をコントロールするために、図 3 に示したような平面視同心円形状の抵抗発熱体 5 が設けられており、抵抗発熱体 5 の両端には、外部端子ピン 6 が接続、固定され、電圧 V_1 が印加されるようになっている。図 1、2 には示していないが、このセラミック基板 1 には、図 3 に示したように、測温素子を挿入するための有底孔 1 1 とシリコンウエハ 9 を支持して上下させる支持ピン（図示せず）を挿通するための貫通孔 1 2 が形成されている。なお、抵抗発熱体 5 は、セラミック基板の底面に形成されていてもよい。また、セラミック基板 1 には、必要に応じて RF 電極が埋設されていてもよい。

【 0 0 4 6 】

この静電チャック 1 0 1 を機能させる際には、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とに直流電圧 V_2 を印加する。これにより、シリコンウエハ 9 は、

チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 との静電的な作用によりこれらの電極にセラミック誘電体膜 4 を介して吸着され、固定されることとなる。このようにしてシリコンウエハ 9 を静電チャック 1 0 1 上に固定させた後、このシリコンウエハ 9 に、C V D 等の種々の処理を施す。

本発明では、静電チャックを構成するセラミック基板 1 がイオウまたはイオウと酸素とを含有しているため、粒子間の結合力が強い。従って、セラミック誘電体膜 4 の表面を研磨等を行うことにより、極めて平坦な面を形成することができ、シリコンウエハのチャック力を大きくすることができる。また、粒子の脱落が極めて少ないので、シリコンウエハにパーティクルが付着するのを防止することができる。

【 0 0 4 7 】

上記静電チャックは、静電電極層と抵抗発熱体とを備えており、例えば、図 1 ～ 3 に示したような構成を有するものである。以下においては、上記静電チャックを構成する各部材で、上記セラミック基板の説明で記載していないものについて、説明していくことにする。

【 0 0 4 8 】

上記静電電極上のセラミック誘電体膜 4 は、セラミック基板のほかの部分と同じ材料からなることが望ましい。同じ工程でグリーンシート等を作製することができ、これらを積層した後、一度の焼成でセラミック基板を製造することができるからである。

【 0 0 4 9 】

上記セラミック誘電体膜は、セラミック基板のほかの部分と同様に、カーボンを含有していることが望ましい。静電電極を隠蔽することができ、輻射熱を利用することができるからである。

また、上記セラミック誘電体膜は、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物を含んでいることが望ましい。これらは、焼結助剤等の働きをし、高密度の誘電体膜を形成することができるからである。

【 0 0 5 0 】

上記セラミック誘電体膜の厚さは、5 ～ 1 5 0 0 μ m であることが望ましい。上

記セラミック誘電体膜の厚さが $5\mu\text{m}$ 未満であると、膜厚が薄すぎるために十分な耐電圧が得られず、シリコンウエハを載置し、吸着した際にセラミック誘電体膜が絶縁破壊する場合があります、一方、上記セラミック誘電体膜の厚さが $1500\mu\text{m}$ を超えると、シリコンウエハと静電電極との距離が遠くなるため、シリコンウエハを吸着する能力が低くなってしまいうからである。セラミック誘電体膜の厚さは、 $50\sim1500\mu\text{m}$ がより好ましい。

【0051】

セラミック基板内に形成される静電電極としては、例えば、金属または導電性セラミックの焼結体、金属箔等が挙げられる。金属焼結体としては、タングステン、モリブデンから選ばれる少なくとも1種からなるものが好ましい。金属箔も、金属焼結体と同じ材質からなることが望ましい。これらの金属は比較的酸化しにくく、電極として十分な導電性を有するからである。また、導電性セラミックとしては、タングステン、モリブデンの炭化物から選ばれる少なくとも1種を使用することができる。

【0052】

図4および図5は、他の静電チャックにおける静電電極を模式的に示した水平断面図であり、図4に示す静電チャック20では、セラミック基板1の内部に半円形状のチャック正極静電層22とチャック負極静電層23が形成されており、図5に示す静電チャックでは、セラミック基板1の内部に円を4分割した形状のチャック正極静電層32a、32bとチャック負極静電層33a、33bが形成されている。

【0053】

また、2枚の正極静電層22a、22bおよび2枚のチャック負極静電層33a、33bは、それぞれ交差するように形成されている。

なお、円形等の電極が分割された形態の電極を形成する場合、その分割数は特に限定されず、5分割以上であってもよく、その形状も扇形に限定されない。

【0054】

抵抗発熱体は、図1に示したように、セラミック基板の内部に設けてもよく、セラミック基板の底面に設けてもよい。抵抗発熱体を設ける場合は、静電チャック

を嵌め込む支持容器に、冷却手段としてエアー等の冷媒の吹きつけ口などを設けてもよい。

【0055】

抵抗発熱体としては、例えば、金属または導電性セラミックの焼結体、金属箔、金属線等が挙げられる。金属焼結体としては、タングステン、モリブデンから選ばれる少なくとも1種が好ましい。これらの金属は比較的酸化しにくく、発熱するに十分な抵抗値を有するからである。

【0056】

また、導電性セラミックとしては、タングステン、モリブデンの炭化物から選ばれる少なくとも1種を使用することができる。

さらに、セラミック基板の底面に抵抗発熱体を形成する場合には、金属焼結体としては、貴金属（金、銀、パラジウム、白金）、ニッケルを使用することが望ましい。具体的には銀、銀-パラジウムなどを使用することができる。

上記金属焼結体に使用される金属粒子の形状は、球状でもよく、リン片状でもよい。また、これらの金属粒子を用いる場合、上記球状物と上記片状物との混合物であってもよい。

【0057】

金属焼結体中には、金属酸化物を添加してもよい。上記金属酸化物を使用するのは、セラミック基板と金属粒子を密着させるためである。上記金属酸化物により、セラミック基板と金属粒子との密着性が改善される理由は明確ではないが、金属粒子の表面はわずかに酸化膜が形成されており、セラミック基板は、酸化物の場合は勿論、非酸化物セラミックである場合にも、その表面には酸化膜が形成されている。従って、この酸化膜が金属酸化物を介してセラミック基板表面で焼結して一体化し、金属粒子とセラミック基板とが密着するのではないかと考えられる。

【0058】

上記金属酸化物としては、例えば、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素（ B_2O_3 ）、アルミナ、イットリア、チタニアから選ばれる少なくとも1種が好ましい。これらの酸化物は、抵抗発熱体の抵抗値を大きくすることなく、金属粒子

とセラミック基板との密着性を改善できるからである。

【 0 0 5 9 】

上記金属酸化物は、金属粒子 1 0 0 重量部に対して 0. 1 重量部以上 1 0 重量部未満であることが望ましい。この範囲で金属酸化物を用いることにより、抵抗値が大きくなりすぎず、金属粒子とセラミック基板との密着性を改善することができるからである。

【 0 0 6 0 】

また、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素 ($B_2 O_3$)、アルミナ、イットリア、チタニアの割合は、金属酸化物の全量を 1 0 0 重量部とした場合に、酸化鉛が 1 ~ 1 0 重量部、シリカが 1 ~ 3 0 重量部、酸化ホウ素が 5 ~ 5 0 重量部、酸化亜鉛が 2 0 ~ 7 0 重量部、アルミナが 1 ~ 1 0 重量部、イットリアが 1 ~ 5 0 重量部、チタニアが 1 ~ 5 0 重量部が好ましい。但し、これらの合計が 1 0 0 重量部を超えない範囲で調整されることが望ましい。これらの範囲が特にセラミック基板との密着性を改善できる範囲だからである。

【 0 0 6 1 】

抵抗発熱体をセラミック基板の底面に設ける場合は、抵抗発熱体の表面は、金属層で被覆されていることが望ましい。抵抗発熱体は、金属粒子の焼結体であり、露出していると酸化しやすく、この酸化により抵抗値が変化してしまう。そこで、表面を金属層で被覆することにより、酸化を防止することができるのである。

【 0 0 6 2 】

金属層の厚さは、0. 1 ~ 1 0 μm が望ましい。抵抗発熱体の抵抗値を変化させることなく、抵抗発熱体の酸化を防止することができる範囲だからである。

被覆に使用される金属は、非酸化性の金属であればよい。具体的には、金、銀、パラジウム、白金、ニッケルから選ばれる少なくとも 1 種以上が好ましい。なかでもニッケルがさらに好ましい。抵抗発熱体には電源と接続するための端子が必要であり、この端子は、半田を介して抵抗発熱体に取り付けるが、ニッケルは半田の熱拡散を防止するからである。接続端子としては、コバール製の端子ピンを使用することができる。

【 0 0 6 3 】

なお、抵抗発熱体をヒータ板内部に形成する場合は、抵抗発熱体表面が酸化されることがないため、被覆は不要である。抵抗発熱体をヒータ板内部に形成する場合、抵抗発熱体の表面の一部が露出していてもよい。

【 0 0 6 4 】

抵抗発熱体として使用する金属箔としては、ニッケル箔、ステンレス箔をエッチング等でパターン形成して抵抗発熱体としたものが望ましい。

パターン化した金属箔は、樹脂フィルム等ではり合わせてもよい。

金属線としては、例えば、タングステン線、モリブデン線等が挙げられる。

【 0 0 6 5 】

本発明のセラミック基板の表面および内部に導電体が配設され、上記内部の導電体が、ガード電極またはグランド電極のいずれか少なくとも一方である場合には、上記セラミック基板は、ウエハプローバとして機能する。

【 0 0 6 6 】

図 6 は、本発明のウエハプローバの一実施形態を模式的に示した断面図であり、図 7 は、図 6 に示したウエハプローバにおける A - A 線断面図である。

このウエハプローバ 2 0 1 では、平面視円形状のセラミック基板 4 3 の表面に平面視同心円形状の溝 4 7 が形成されるとともに、溝 4 7 の一部にシリコンウエハを吸引するための複数の吸引孔 4 8 が設けられており、溝 4 7 を含むセラミック基板 4 3 の大部分にシリコンウエハの電極と接続するためのチャックトップ導体層 4 2 が円形状に形成されている。

【 0 0 6 7 】

一方、セラミック基板 4 3 の底面には、シリコンウエハの温度をコントロールするために、図 3 に示したような平面視同心円形状の発熱体 4 9 が設けられており、発熱体 4 9 の両端には、外部端子ピン（図示せず）が接続、固定されている。また、セラミック基板 4 3 の内部には、ストレイキャパシタやノイズを除去するために平面視格子形状のガード電極 4 5 とグランド電極 4 6（図 7 参照）とが設けられている。ガード電極 4 5 とグランド電極 4 6 の材質は、静電電極と同様のものでよい。

【 0 0 6 8 】

上記チャックトップ導体層 4 2 の厚さは、1 ～ 2 0 μm が望ましい。1 μm 未満では抵抗値が高くなりすぎて電極として働かず、一方、2 0 μm を超えると導体の持つ応力によって剥離しやすくなってしまふからである。

【0 0 6 9】

チャックトップ導体層 4 2 としては、例えば、銅、チタン、クロム、ニッケル、貴金属（金、銀、白金等）、タングステン、モリブデンなどの高融点金属から選ばれる少なくとも 1 種の金属を使用することができる。

【0 0 7 0】

このような構成のウエハプローバでは、その上に集積回路が形成されたシリコンウエハを載置した後、このシリコンウエハにテストピンを持つプローブカードを押しつけ、加熱、冷却しながら電圧を印加して導通テストを行うことができる。本発明では、ウエハプローバを構成するセラミック基板 4 3 中の粒子間の結合力が強く、粒子の脱落を防止することができ、載置するシリコンウエハにパーティクルが付着するのを防止することができる。

【0 0 7 1】

次に、本発明のセラミック基板の製造方法に関し、静電チャックの製造方法を一例として、図 8 に示した断面図に基づき説明する。

【0 0 7 2】

(1) まず、窒化物セラミック粉体、イオウまたはイオウ化合物を溶剤と混合して混合組成物を調製した後、成形を行うことにより、グリーンシート 5 0 を作製する。カーボンを含有させる場合には、目的とする特性に応じて、上記結晶質カーボンまたは非晶質カーボンを使用し、その量を調節する。

上記イオウ化合物としては、上記した熱可塑性樹脂等の有機物や硫酸カルシウム等の無機物等を使用することができるが、有機物を使用する場合は、それ自体がバインダとなるため有利である。

また、上記無機化合物の板または粉末を焼結体に接触させて 1 5 0 0 ～ 1 9 0 0 °C で加熱して熱拡散させる方法も採用できる。

【0 0 7 3】

上述したセラミック粉体としては、例えば、窒化アルミニウムなどを使用するこ

とができ、必要に応じて、前述したイットリアなどの焼結助剤などを加えてもよい。

【0074】

後述する静電電極層印刷体 51 が形成されたグリーンシートの上に積層する数枚または 1 枚のグリーンシート 50 は、セラミック誘電体膜となる層であるので、目的等により、その組成をセラミック基板と異なる組成としてもよい。

また、まず先にセラミック基板を製造しておき、その上に静電電極層を形成し、さらにその上にセラミック誘電体膜を形成することもできる。

【0075】

また、バインダとしては、アクリル系バインダ、エチルセルロース、ブチルセロソルブ、ポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

さらに、溶媒としては、 α -テルピネオール、グリコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

これらを混合して得られるペーストをドクターブレード法でシート状に成形してグリーンシート 50 を作製する。

【0076】

グリーンシート 50 に、必要に応じてシリコンウエハの支持ピンを挿通する貫通孔や熱電対を埋め込む凹部を設けておくことができる。貫通孔や凹部は、パンチングなどで形成することができる。

グリーンシート 50 の厚さは、0.1 ～ 5 mm 程度が好ましい。

【0077】

(2) 次に、グリーンシート 50 に静電電極層や抵抗発熱体となる導体ペーストを印刷する。

印刷は、グリーンシート 50 の収縮率を考慮して所望のアスペクト比が得られるように行い、これにより静電電極層印刷体 51、抵抗発熱体層印刷体 52 を得る。

印刷体は、導電性セラミック、金属粒子などを含む導電性ペーストを印刷することにより形成する。

【0078】

これらの導電性ペースト中に含まれる導電性セラミック粒子としては、タングステンまたはモリブデンの炭化物が最適である。酸化しにくく、熱伝導率が低下しにくいからである。

また、金属粒子としては、例えば、タングステン、モリブデン、白金、ニッケルなどを使用することができる。

【 0 0 7 9 】

導電性セラミック粒子、金属粒子の平均粒子径は 0. 1 ~ 5 μ m が好ましい。これらの粒子は、大きすぎても小さすぎても導体用ペーストを印刷しにくいからである。

【 0 0 8 0 】

このようなペーストとしては、金属粒子または導電性セラミック粒子 8 5 ~ 9 7 重量部、アクリル系、エチルセルロース、ブチルセロソルブおよびポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも 1 種のバインダ 1. 5 ~ 1 0 重量部、 α -テルピネオール、グリコール、エチルアルコールおよびブタノールから選ばれる少なくとも 1 種の溶媒を 1. 5 ~ 1 0 重量部混合して調製した導体用ペーストが最適である。

さらに、パンチング等で形成した孔に、導体用ペーストを充填してスルーホール印刷体 5 3、5 4 を得る。

【 0 0 8 1 】

(3) 次に、図 8 (a) に示すように、印刷体 5 1、5 2、5 3、5 4 を有するグリーンシート 5 0 と、印刷体を有さないグリーンシート 5 0 とを積層する。静電電極層印刷体 5 1 が形成されたグリーンシート上には、数枚または 1 枚のグリーンシート 5 0 を積層する。抵抗発熱体形成側に印刷体を有さないグリーンシート 5 0 を積層するのは、スルーホールの端面が露出して、抵抗発熱体形成の焼成の際に酸化してしまうことを防止するためである。もしスルーホールの端面が露出したまま、抵抗発熱体形成の焼成を行うのであれば、ニッケルなどの酸化しにくい金属をスパッタリングする必要があり、さらに好ましくは、Au-Ni の金ろうで被覆してもよい。

【 0 0 8 2 】

(4) 次に、図 8 (b) に示すように、積層体の加熱および加圧を行い、グリーンシートおよび導電ペーストを焼結させる。

加熱温度は、1 0 0 0 ~ 2 0 0 0 ℃、加圧は 1 0 0 ~ 2 0 0 k g / c m² が好ましく、これらの加熱および加圧は、不活性ガス雰囲気下で行う。不活性ガスとしては、アルゴン、窒素などを使用することができる。この工程で、スルーホール 1 6、1 7、チャック正極静電層 2、チャック負極静電層 3、抵抗発熱体 5 等が形成される。

【 0 0 8 3 】

(5) 次に、図 8 (c) に示すように、外部端子接続のための袋孔 1 3、1 4 を設ける。

袋孔 1 3、1 4 の内壁は、その少なくともその一部が導電化され、導電化された内壁は、チャック正極静電層 2、チャック負極静電層 3、抵抗発熱体 5 等と接続されていることが望ましい。

【 0 0 8 4 】

(6) 最後に、図 8 (d) に示すように、袋孔 1 3、1 4 に金ろうを介して外部端子 6、1 8 を設ける。さらに、必要に応じて、有底孔 1 2 を設け、その内部に熱電対を埋め込むことができる。

【 0 0 8 5 】

半田は銀-鉛、鉛-スズ、ビスマス-スズなどの合金を使用することができる。なお、半田層の厚さは、0. 1 ~ 5 0 μ m が望ましい。半田による接続を確保するに十分な範囲だからである。

【 0 0 8 6 】

なお、上記説明では静電チャック 1 0 1 (図 1 参照) を例にしたが、ウエハプローバを製造する場合には、例えば、静電チャックの場合と同様に、初めに抵抗発熱体が埋設されたセラミック基板を製造し、その後、セラミック基板の表面に溝を形成し、続いて、溝が形成された表面部分にスパッタリングおよびめっき等を施して、金属層を形成すればよい。

【 0 0 8 7 】

以上、本発明の窒化アルミニウム焼結体およびセラミック基板は、半導体製造・

検査用のホットプレート（セラミックヒータ）、静電チャック、ウエハプローバ、サセプタなどに応用できる。

以下、実施例に則して説明するが、本発明が実施例に拘泥されないことは言うまでもない。

【0088】

【実施例】

（実施例1～7）セラミックヒータ（図9）の製造

（1）窒化アルミニウム粉末（平均粒径：1.1 μm トクヤマ製）1000重量部、アルミナ（平均粒径：0.4 μm ）をそれぞれ5重量部、10重量部、20重量部、30重量部、42重量部、42重量部、86重量部、CaSをそれぞれ1.17 $\times 10^{-4}$ 重量部、4.7 $\times 10^{-4}$ 重量部、2.3 $\times 10^{-3}$ 重量部、0.023重量部、0.07重量部、0.12重量部、0.19重量部、アクリルバインダ120重量部およびアルコールからなる組成物のスプレードライを行い、7種類の顆粒状の粉末を作製した。

【0089】

（2）次に、この顆粒状の粉末を金型に入れ、平板状に成形して生成形体（グリーン）を得た。この生成形体にドリル加工を施し、半導体ウエハの支持ピンを挿通する貫通孔95となる部分、熱電対を埋め込むための有底孔となる部分（直径：1.1mm、深さ：2mm）94を形成した。

【0090】

（3）加工処理の終わった生成形体を1800℃、圧力：200kg/cm²でホットプレスし、厚さが3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。

次に、この板状体から直径210mmの円板体を切り出し、セラミック製の板状体（ヒータ板）91とした。

【0091】

（4）上記（3）で得たヒータ板に、スクリーン印刷にて導体ペーストを印刷した。印刷パターンは、同心円状のパターンとした。

導体ペーストとしては、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。

この導体ペーストは、銀-鉛ペーストであり、銀 1 0 0 重量部に対して、酸化鉛（5 重量%）、酸化亜鉛（5 5 重量%）、シリカ（1 0 重量%）、酸化ホウ素（2 5 重量%）およびアルミナ（5 重量%）からなる金属酸化物を 7. 5 重量部含むものであった。また、銀粒子は、平均粒径が 4. 5 μm で、リン片状のものであった。

【0 0 9 2】

（5）次に、導体ペーストを印刷したヒータ板を 7 8 0℃で加熱、焼成して、導体ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにヒータ板 9 1 に焼き付け、発熱体 9 2 を形成した。銀-鉛の発熱体は、厚さが 5 μm 、幅 2. 4 mm、面積抵抗率が 7. 7 m Ω /□であった。

【0 0 9 3】

（6）硫酸ニッケル 8 0 g/1、次亜リン酸ナトリウム 2 4 g/1、酢酸ナトリウム 1 2 g/1、ほう酸 8 g/1、塩化アンモニウム 6 g/1 の濃度の水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に上記（5）で作製したヒータ板 1 1 を浸漬し、銀-鉛の発熱体 9 2 の表面に厚さ 1 μm の金属被覆層（ニッケル層）9 2 a を析出させた。

【0 0 9 4】

（7）電源との接続を確保するための端子を取り付ける部分に、スクリーン印刷により、Ni-Au ろう剤を印刷して形成した。

ついで、この上にコバール製の外部端子 9 3 を載置し、温度制御のための熱電対を挿入後、8 1. 7 Au-1 8. 3 Ni の金ローで接続し、（1 0 3 0℃で加熱して融着）、図 9 のセラミックヒータ 9 0 を得た。

セラミック基板 9 1 中のアルミナ含有量、および、下記の方法により測定した酸素含有量、イオウ含有量を表 1 に示した。

【0 0 9 5】

（試験例 1 ～ 3）

アルミナを表 1 に示す含有量になるように添加し、Ca S をイオン含有量が表 1 に示す量になるように添加した以外は、実施例 1 と同様にしてセラミックヒータ 9 0 を得た。

【0096】

この実施例1～7および試験例1～3のセラミックヒータについて、下記の方法により、酸素含有量、イオウ含有量、曲げ強度、パーティクルの数を測定し、破壊断面の観察を行った。その結果を表1に示した。

【0097】

(1) 強度の測定

強度の測定は、インストロン万能試験機(4507型 ロードセル500kgf)を用い、湿度が400℃の大気中、クロスヘッド速度:0.5mm/分、スパン距離L:30mm、試験片の厚さ:3.06mm、試験片の幅:4.03mmで実施し、以下の計算式(1)を用いて3点曲げ強度 σ (kgf/mm²)を算出した。なお、表1では、単位を換算して、MPaで表現している。

【0098】

$$\sigma = 3PL / 2wt^2 \dots (1)$$

【0099】

上記計算式(1)中、Pは、試験片が破壊したときの最大荷重(kgf)であり、Lは、下支点間の距離(30mm)であり、tは、試験片の厚さ(mm)であり、wは、試験片の幅(mm)である。

その結果を下記の表1に示した。

【0100】

(2) 酸素含有量

実施例および比較例にかかる焼結体と同条件で焼結させた試料をタングステン乳鉢で粉碎し、これの0.01gを採取して試料加熱温度2200℃、加熱時間30秒の条件で酸素・窒素同時分析装置(LECO社製 TC-136型)で測定した。

【0101】

(3) イオウ含有量

グロー放電マススペクトル法(GD-MS法)を使用した。なお、分析は米国の「SHIVA TECHNOLOGIES, INC」(電話:315-699-5332、FAX:315-699-0349)に依頼した。

【0102】

(4) 破壊断面

破壊断面を2000倍の電子顕微鏡で観察し、2000倍の電子顕微鏡写真の視野のうち、50%以上が粒内破壊であれば粒内破壊とした。また、2000倍の電子顕微鏡写真の視野のうち、粒内破壊が50%未満でも、一部に粒内破壊が見られるものは、一部粒内破壊とした。

【0103】

(5) パーティクル数の測定

シリコンウエハを載置して400℃まで昇温した後、シリコンウエハ表面の10箇所を電子顕微鏡で観察し、0.2 μ mを超えるパーティクル数を計測し、1cm²あたりのパーティクル数を算出した。

【0104】

【表 1】

	アルミナ量 (wt%)	酸素量 (wt%)	イオウ量 (ppm) (重量)	破壊断面	曲げ強度 (MPa)	パーティクル数 (個/cm ²)
1	0.5	0.5	0.05	一部粒内破壊	400	32
2	1.0	0.8	0.2	一部粒内破壊	400	28
3	2.0	1.2	1.0	粒内破壊	410	20
4	3.0	1.4	1.0	粒内破壊	420	18
5	4.0	1.6	3.0	粒内破壊	440	15
6	4.0	1.6	5.0	粒内破壊	420	20
7	8.0	3.0	8.0	一部粒内破壊	400	35
1	0	<0.1	1.0	一部粒内破壊	380	38
2	15.0	0.5	3.0	一部粒内破壊	380	40
3	4.0	1.6	0	粒界破壊	350	200
実施例						
試験例						

【0105】

表 1 から明らかなように、イオウ量が少なすぎると、セラミック基板の破壊面を粒内破壊に調整することは難しい。

イオウ量が少なすぎると粒子間の結合効果が小さくなると推定している。また、酸素量が多すぎても、大部分を粒内破壊とすることは困難である。

また、実施例 1 ～ 7 で発生したパーティクル数は、1 cm² あたり 40 個以下であった。

【0106】

(実施例 8) 静電チャック (図 1 ~ 3) の製造

(1) 次に、窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 $1.1 \mu\text{m}$) 1000 重量部、イットリア (平均粒径: $0.4 \mu\text{m}$) 40 重量部、窒化ホウ素 1.3×10^{-3} 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、分散剤 5 重量部、ポリスルホン 0.3 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシート 50 を得た。

【0107】

(2) 次に、これらのグリーンシート 50 を 80°C で 5 時間乾燥させた後、加工が必要なグリーンシートに対し、パンチングにより直径 1.8 mm 、 3.0 mm 、 5.0 mm の半導体ウエハ支持ピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を設けた。

【0108】

(3) 平均粒子径 $1 \mu\text{m}$ のタングステンカーバイト粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 3.0 重量部、 α -テルピネオール溶媒 3.5 重量部および分散剤 0.3 重量部を混合して導体ペースト A を調製した。

平均粒子径 $3 \mu\text{m}$ のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 1.9 重量部、 α -テルピネオール溶媒 3.7 重量部および分散剤 0.2 重量部を混合して導体ペースト B を調製した。

この導電性ペースト A をグリーンシート 50 にスクリーン印刷で印刷し、導体ペースト層を形成した。印刷パターンは、同心円パターンとした。また、他のグリーンシート 50 に図 2 に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

【0109】

(4) さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペースト B を充填した。

抵抗発熱体のパターンが形成されたグリーンシート 50 に、さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシート 50' を上側 (加熱面) に 34 枚、下側

に13枚積層し、その上に静電電極パターンからなる導体ペースト層を印刷したグリーンシート50を積層し、さらにその上にタングステンペーストを印刷していないグリーンシート50'を2枚積層し、これらを130℃、80kg/cm²の圧力で圧着して積層体を形成した(図8(a)参照)。

【0110】

(5) 次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力150kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを直径300mmの円板状に切り出し、内部に厚さ6μm、幅10mmの抵抗発熱体5および厚さ10μmのチャック正極静電層2、チャック負極静電層3を有する窒化アルミニウム製の板状体とした(図8(b)参照)。

【0111】

(6) 次に、(3)で得られた板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための有底孔(直径: 1.20mm、深さ: 2.0mm)を設けた。

【0112】

(7) さらに、スルーホールが形成されている部分をえぐり取って袋孔13、14とし(図8(c)参照)、この袋孔13、14にNi-Auからなる金ろうを用い、700℃で加熱リフローしてコパール製の外部端子6、18を接続させた(図8(d)参照)。

なお、外部端子の接続は、タングステンの支持体が3点で支持する構造が望ましい。接続信頼性を確保することができるからである。

【0113】

(8) 次に、温度制御のための複数の熱電対を有底孔に埋め込み、抵抗発熱体を有する静電チャックの製造を完了した。

このようにして製造した抵抗発熱体を有する静電チャックを構成するセラミック基板の酸素含有量は、1.6重量%であり、イオンの含有量は、30ppmであった。

また、セラミック基板の抵抗発熱体に通電を行って、セラミック基板の温度を4

0 0℃に上げて動作させたが、リーク電流も観察されず、4 0 0℃の高温での強度も4 0 0 M P a と高く、セラミック基板も一部粒内破壊であった。

【 0 1 1 4 】

(実施例 9) ウエハプロバ 2 0 1 (図 6 参照) の製造

(1) 窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 1. 1 μ m) 1 0 0 0 重量部、イットリア (平均粒径 0. 4 μ m) 4 0 重量部および、ポリエーテルスルホン 0. 3 重量部、1-ブタノールおよびエタノールからなるアルコール 5 3 0 重量部を混合して得た混合組成物を、ドクターブレード法を用いて成形し、厚さ 0. 4 7 m m のグリーンシートを得た。

【 0 1 1 5 】

(2) 次に、このグリーンシートを 8 0℃で 5 時間乾燥させた後、パンチングにて発熱体と外部端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔を設けた。

【 0 1 1 6 】

(3) 平均粒子径 1 μ m のタングステンカーバイド粒子 1 0 0 重量部、アクリル系バインダ 3. 0 重量部、 α -テルピネオール溶媒 3. 5 重量および分散剤 0. 3 重量部を混合して導電性ペースト A とした。

また、平均粒子径 3 μ m のタングステン粒子 1 0 0 重量部、アクリル系バインダ 1. 9 重量部、 α -テルピネオール溶媒を 3. 7 重量部、分散剤 0. 2 重量部を混合して導電性ペースト B とした。

【 0 1 1 7 】

次に、グリーンシートに、この導電性ペースト A を用いたスクリーン印刷で、格子状のガード電極用印刷体、グランド電極用印刷体を印刷した。

また、端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔に導電性ペースト B を充填した。

【 0 1 1 8 】

さらに、印刷されたグリーンシートおよび印刷がされていないグリーンシートを 5 0 枚積層して 1 3 0℃、8 0 k g / c m² の圧力で一体化することにより積層体を作製した。

【 0 1 1 9 】

(4) 次に、この積層体を窒素ガス中で600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力150 kg/cm²で3時間ホットプレスし、厚さ3 mmの窒化アルミニウム板状体を得た。得られた板状体を、直径300 mmの円形状に切り出してセラミック製の板状体とした。スルーホール16の大きさは、直径0.2 mm、深さ0.2 mmであった。

【0120】

また、ガード電極45、グランド電極46の厚さは10 μm、ガード電極45の形成位置は、ウエハ載置面から1 mm、グランド電極46の形成位置は、ウエハ載置面から1.2 mmであった。また、ガード電極45およびグランド電極46の導体非形成領域46aの1辺の大きさは、0.5 mmであった。

【0121】

(5) 上記(4)で得た板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部およびウエハ吸着用の溝47(幅0.5 mm、深さ0.5 mm)を設けた。

【0122】

(6) さらに、ウエハ載置面に対向する面に発熱体49を形成するための層を印刷した。印刷は導電ペーストを用いた。導電ペーストは、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。この導電ペーストは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物(それぞれの重量比率は、5/55/10/25/5)を銀100重量部に対して7.5重量部含むものであった。

また、銀の形状は平均粒径4.5 μmでリン片状のものであった。

【0123】

(7) 導電ペーストを印刷したヒータ板を780℃で加熱焼成して、導電ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板43に焼き付けた。さらに硫酸ニッケル30 g/l、ほう酸30 g/l、塩化アンモニウム30 g/lおよびロッシェル塩60 g/lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴にヒータ板を浸漬して、銀の焼結体49の表面に厚さ1 μm、ホウ素の含有量が1重量%

以下のニッケル層（図示せず）を析出させた。この後、ヒータ板は、120℃で3時間アニーリング処理を施した。

銀の焼結体からなる発熱体は、厚さが5 μm 、幅2.4 mmであり、面積抵抗率が7.7 $\text{m}\Omega/\square$ であった。

【0124】

（8）溝47が形成された面に、スパッタリング法により、順次、チタン層、モリブデン層、ニッケル層を形成した。スパッタリングのための装置は、日本真空技術株式会社製のSV-4540を使用した。スパッタリングの条件は気圧0.6 Pa、温度100℃、電力200Wであり、スパッタリング時間は、30秒から1分の範囲内で、各金属によって調整した。

得られた膜の厚さは、蛍光X線分析計の画像から、チタン層は0.3 μm 、モリブデン層は2 μm 、ニッケル層は1 μm であった。

【0125】

（9）硫酸ニッケル30 g/1、ほう酸30 g/1、塩化アンモニウム30 g/1およびロッシェル塩60 g/1を含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に、上記（8）で得られたセラミック板を浸漬し、スパッタリングにより形成された金属層の表面に厚さ7 μm 、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層を析出させ、120℃で3時間アニーリングした。

発熱体表面は、電流を流さず、電解ニッケルめっきで被覆されない。

【0126】

さらに、表面にシアン化金カリウム2 g/1、塩化アンモニウム75 g/1、クエン酸ナトリウム50 g/1および次亜リン酸ナトリウム10 g/1を含む無電解金めっき液に、93℃の条件で1分間浸漬し、ニッケルめっき層上に厚さ1 μm の金めっき層を形成した。

【0127】

（10）溝47から裏面に抜ける空気吸引孔48をドリル加工により形成し、さらにスルーホール16を露出させるための袋孔（図示せず）を設けた。この袋孔にNi-Au合金（Au81.5重量%、Ni18.4重量%、不純物0.1重量%）からなる金ろうを用い、970℃で加熱リフローしてコパール製の外部端

子ピンを接続させた。また、発熱体に半田（スズ 9 0 重量％／鉛 1 0 重量％）を介してコパール製の外部端子ピンを形成した。

【 0 1 2 8 】

（ 1 1 ）次に、温度制御のための複数熱電対を凹部に埋め込み、ウエハプロローバヒータ 2 0 1 を得た。

このようにして製造したウエハプロローバのセラミック基板の酸素含有量は、 1 . 6 重量％であり、イオンの含有量は、 3 0 p p m であった。

【 0 1 2 9 】

セラミック基板の温度を 2 0 0 ℃ に上げたが、短絡などの問題は発生しなかった。さらに、 4 0 0 ℃ における曲げ強度も 4 0 0 M P a と高く、セラミック基板も一部粒内破壊であった。

【 0 1 3 0 】

【発明の効果】

以上説明のように、本発明の窒化アルミニウム焼結体、セラミック基板では、上記イオウによって強度を低下させず、セラミック粒子間の結合を強固にすることができ、パーティクル数を減らすことができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1 】

本発明のセラミック基板の一実施形態である静電チャックを模式的に示す縦断面図である。

【図 2 】

図 1 に示した静電チャックの A - A 線断面図である。

【図 3 】

図 1 に示した静電チャックの B - B 線断面図である。

【図 4 】

静電チャックの静電電極の一例を模式的に示す断面図である。

【図 5 】

静電チャックの静電電極の一例を模式的に示す断面図である。

【図 6 】

本発明のセラミック基板の一実施形態であるウエハプローバを模式的に示す断面図である。

【図 7】

図 6 に示したウエハプローバにおける A - A 線断面図である。

【図 8】

(a) ~ (d) は、静電チャックの製造工程の一部を模式的に示す断面図である。

【図 9】

本発明のセラミック基板の一実施形態であるセラミックヒータを模式的に示す断面図である。

【図 1 0】

本発明のイオウを含有する窒化アルミニウム焼結体の破壊断面を示す走査型電子顕微鏡 (S E M) 写真である。

【図 1 1】

従来の窒化アルミニウム焼結体の破壊断面を示す走査型電子顕微鏡 (S E M) 写真である。

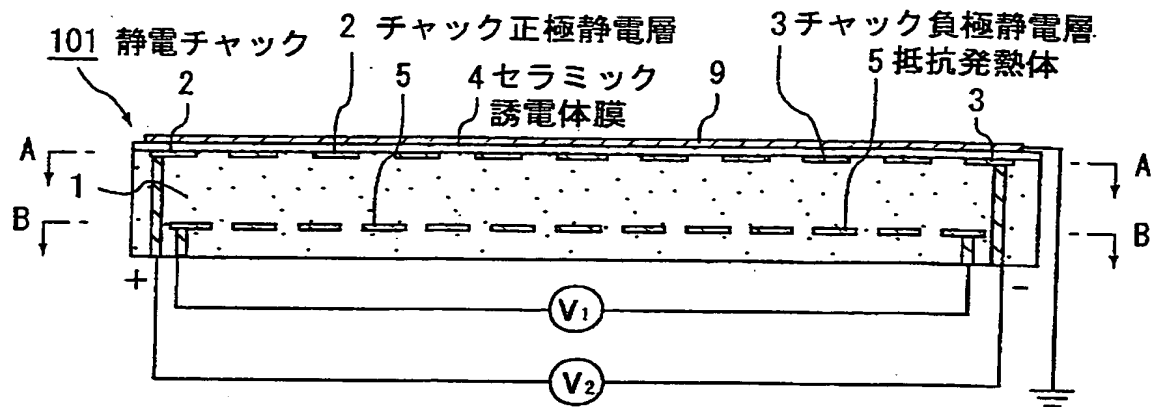
【符号の説明】

- 1 0 1 静電チャック
- 1、4 3 セラミック基板
- 2、2 2、3 2 a、3 2 b チャック正極静電層
- 3、2 3、3 3 a、3 3 b チャック負極静電層
- 2 a、3 a 半円弧状部
- 2 b、3 b 歯部
- 4 セラミック誘電体膜
- 5、4 9 抵抗発熱体
- 6、1 8 外部端子ピン
- 9 9 0 シリコンウエハ
- 1 1 有底孔
- 1 2 貫通孔

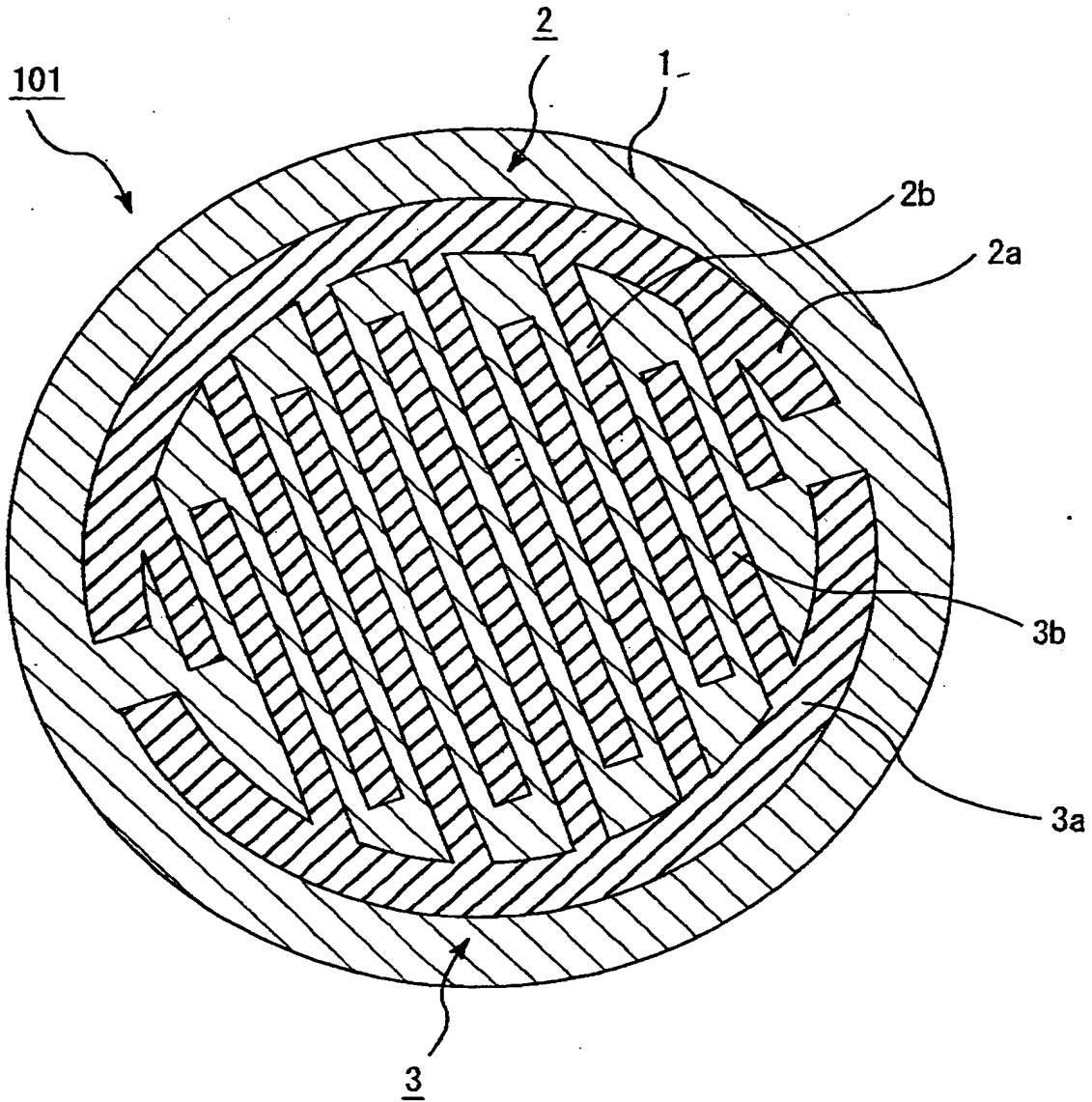
- 1 6 スルーホール
- 4 2 チャックトップ導体層
- 4 5 ガード電極
- 4 6 グランド電極
- 4 7 溝
- 4 8 吸引孔
- 9 1 セラミック基板
- 9 2 発熱体
- 9 3 端子
- 9 2 a 金属被覆層
- 9 6 支持ピン

【書類名】 図面

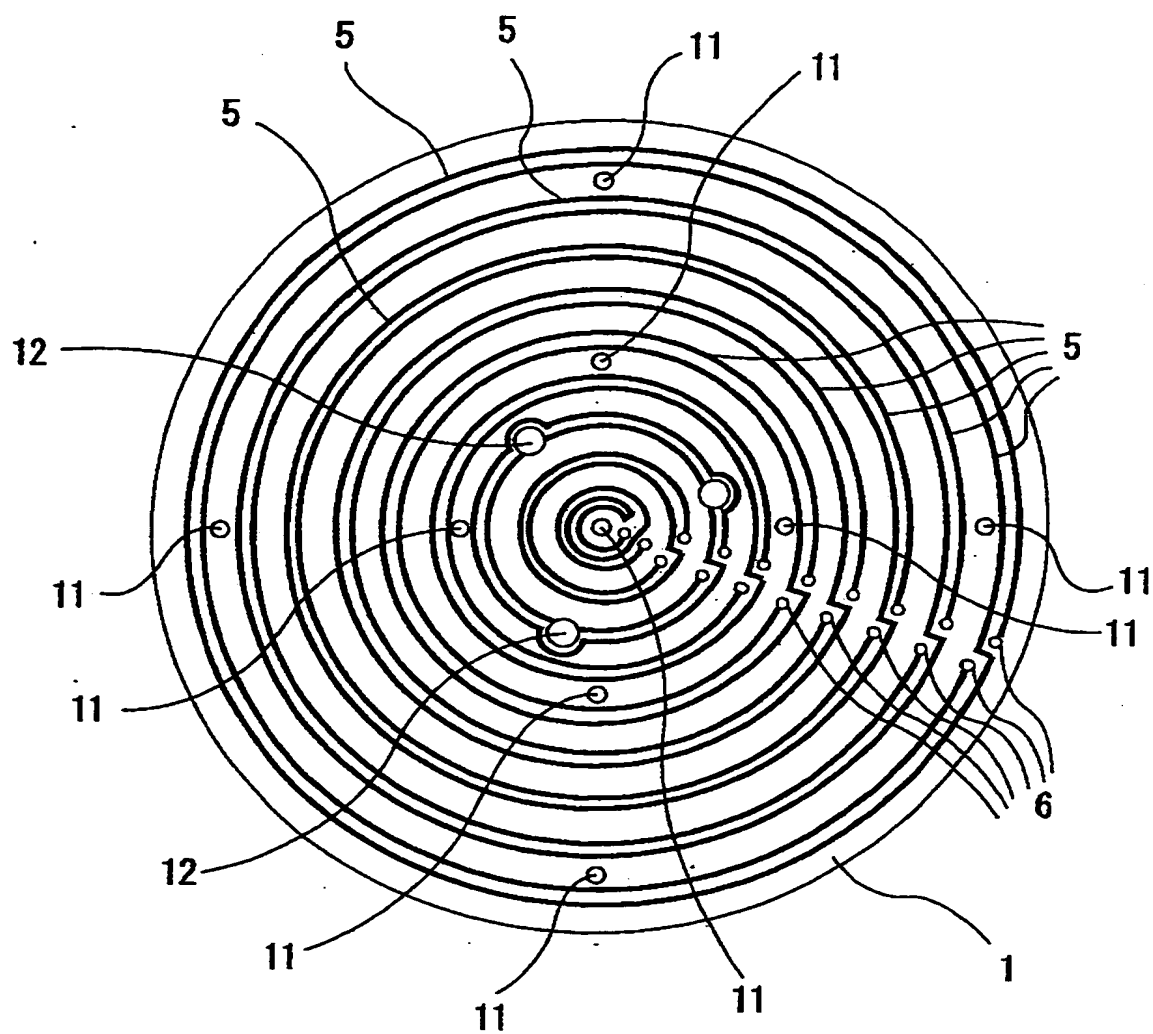
【図 1】



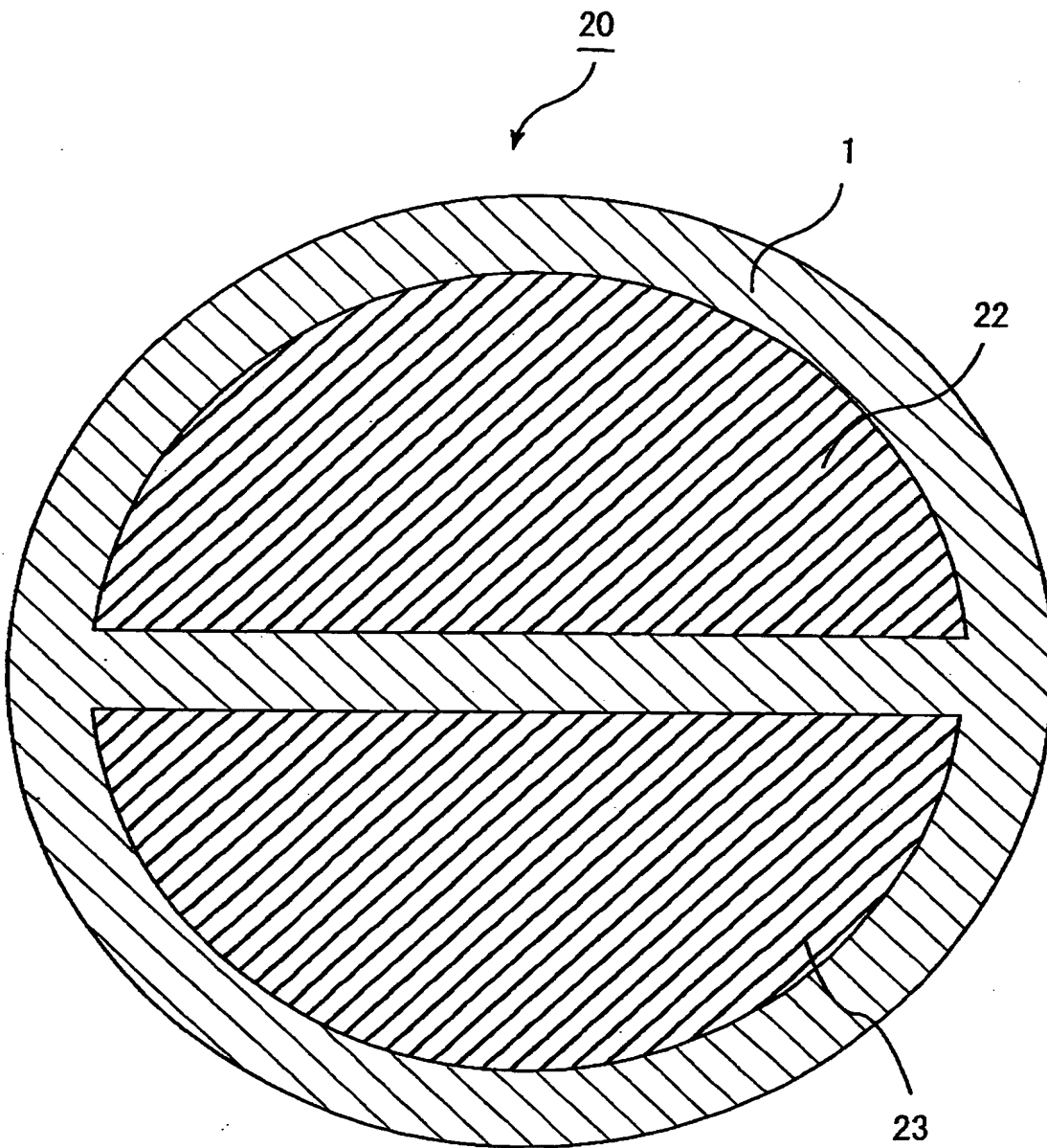
【図 2】



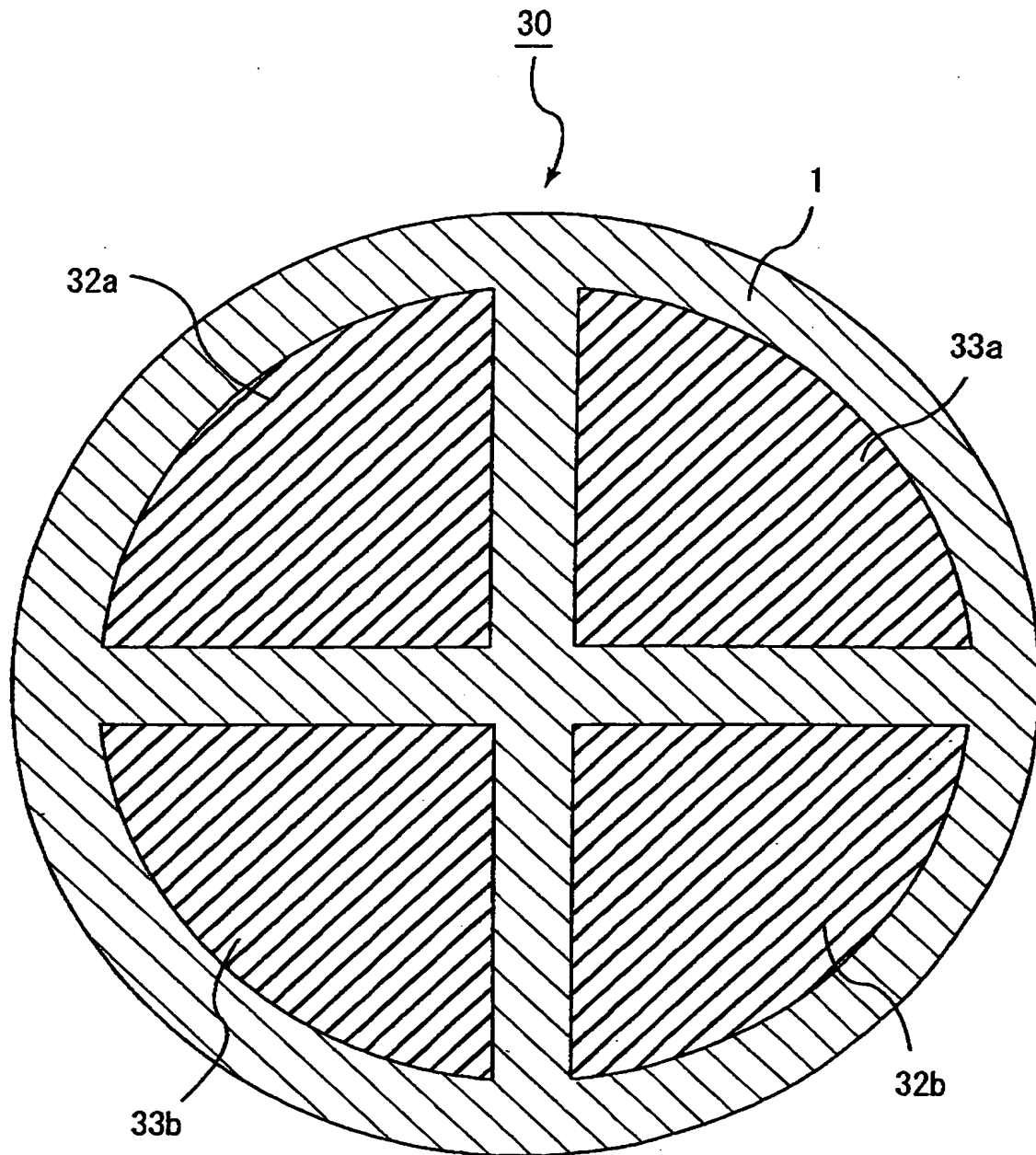
【図3】



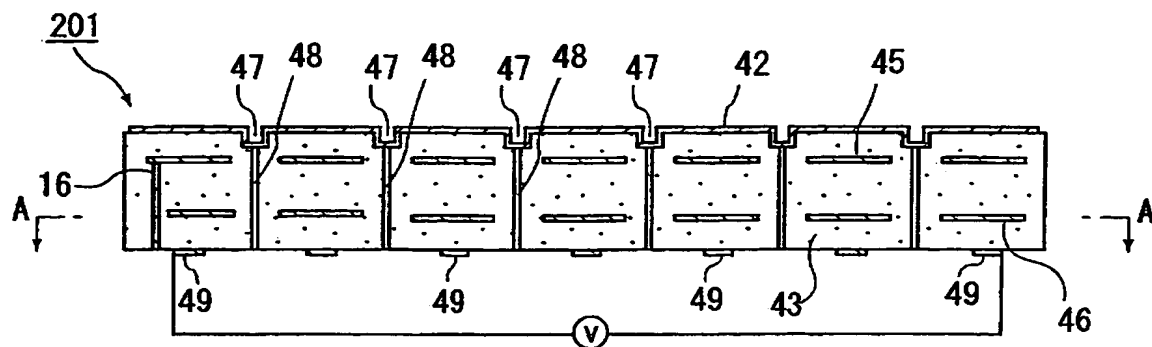
【図4】



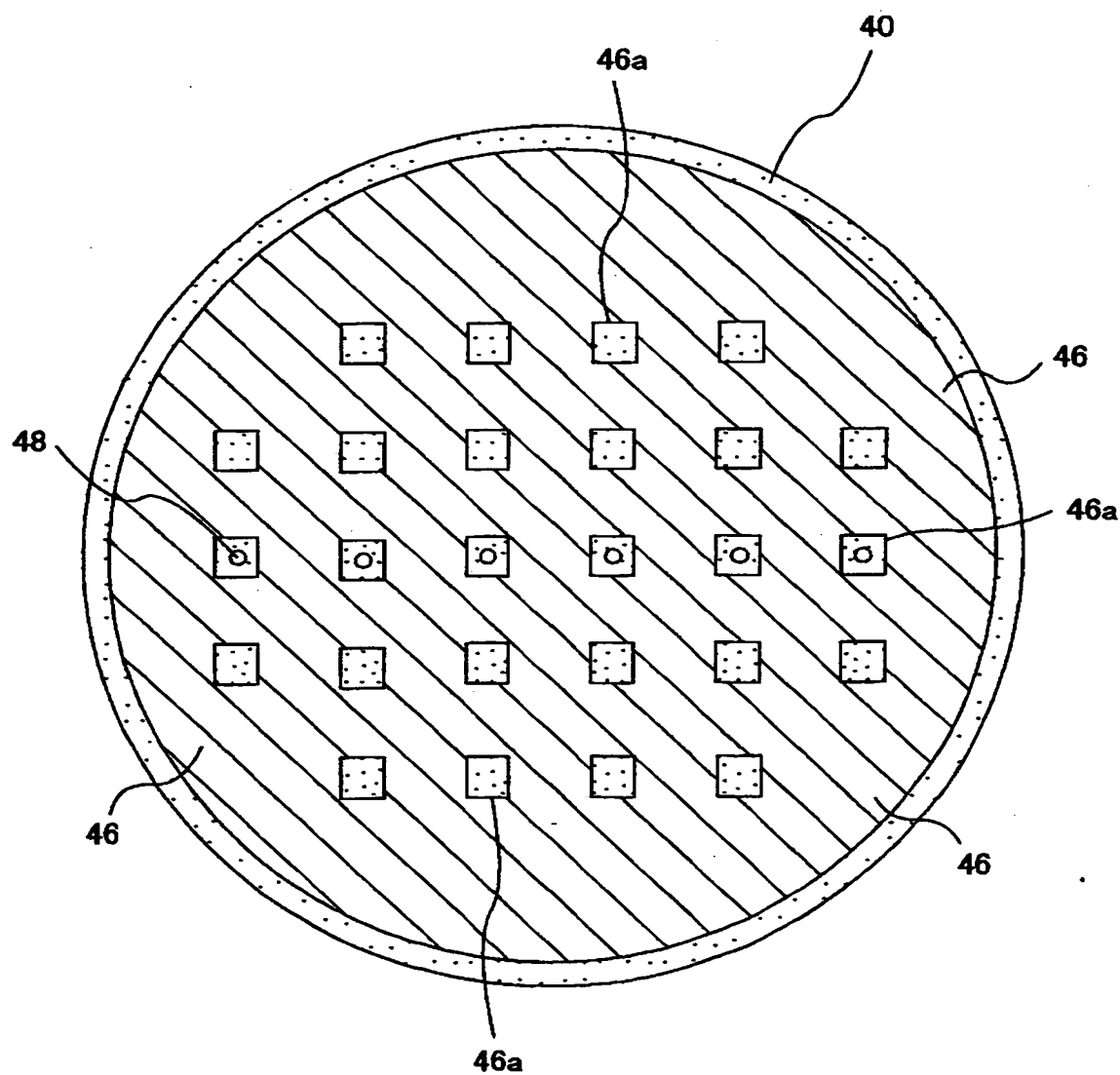
【図5】



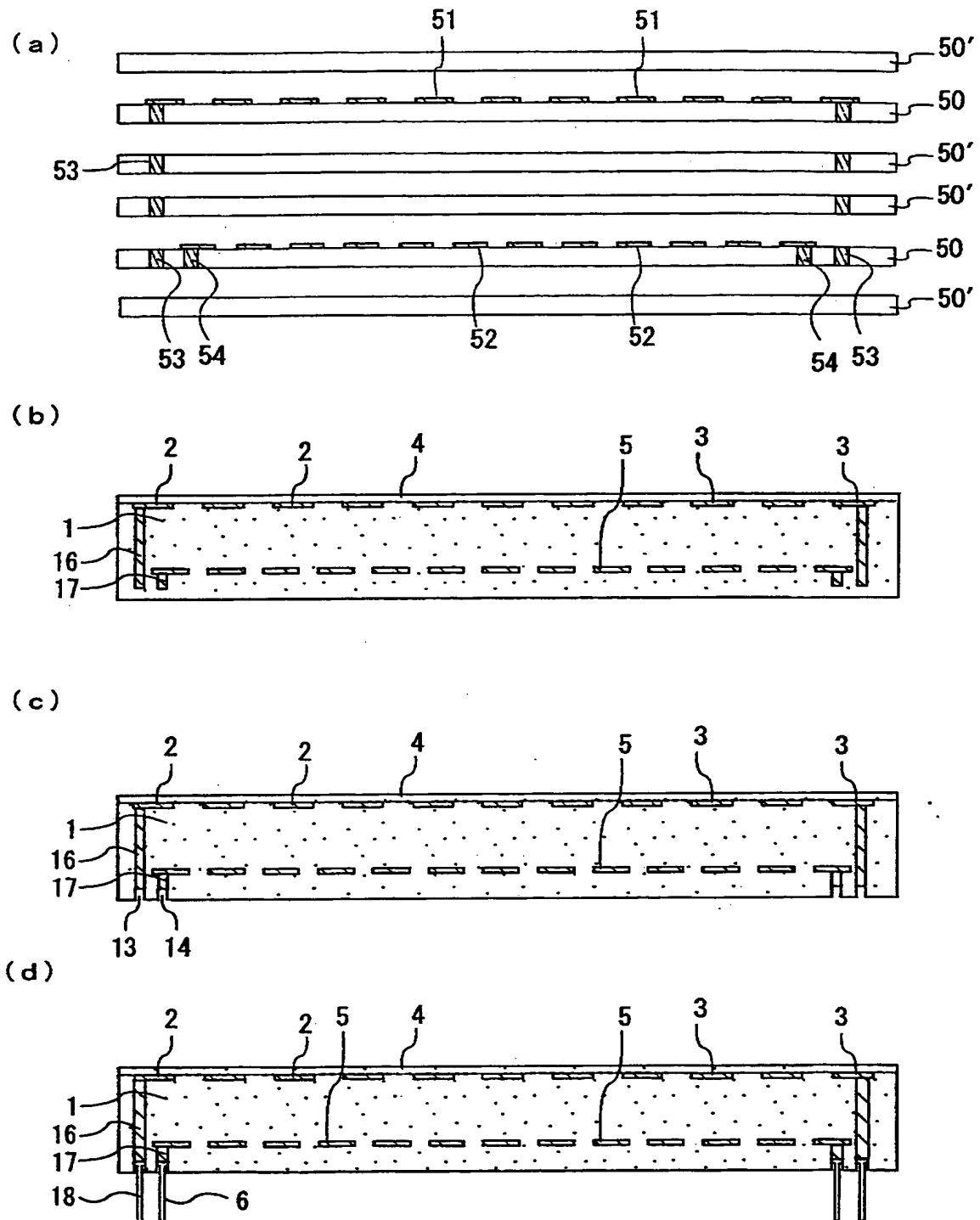
【図 6】



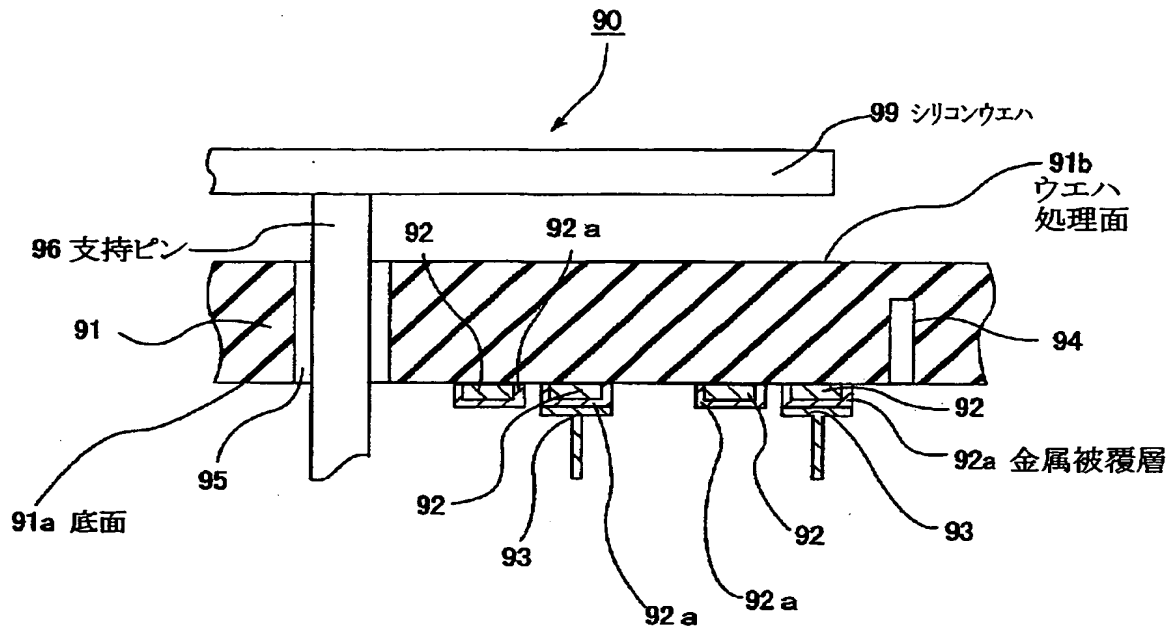
【図 7】



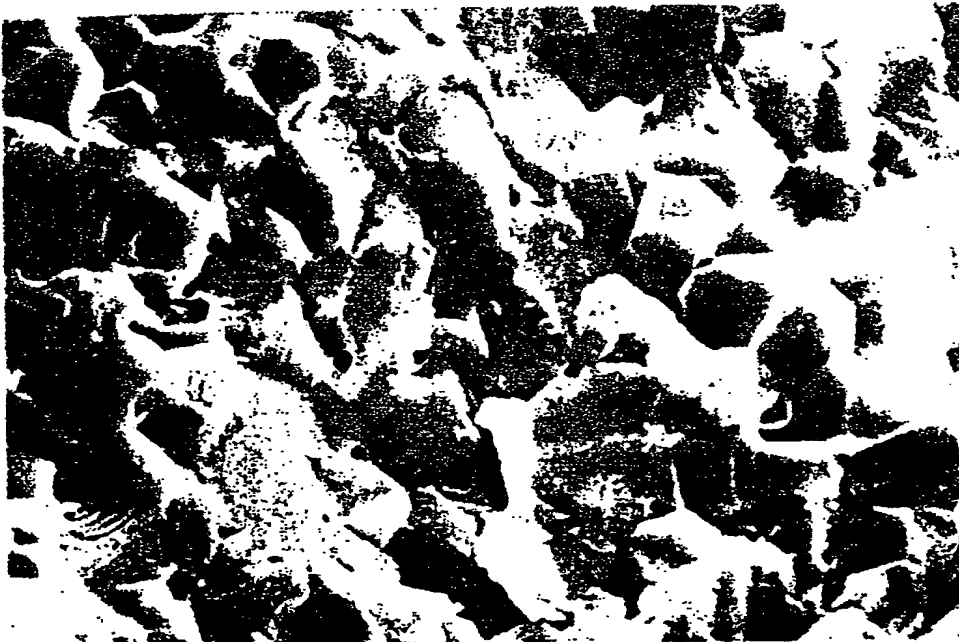
【図 8】



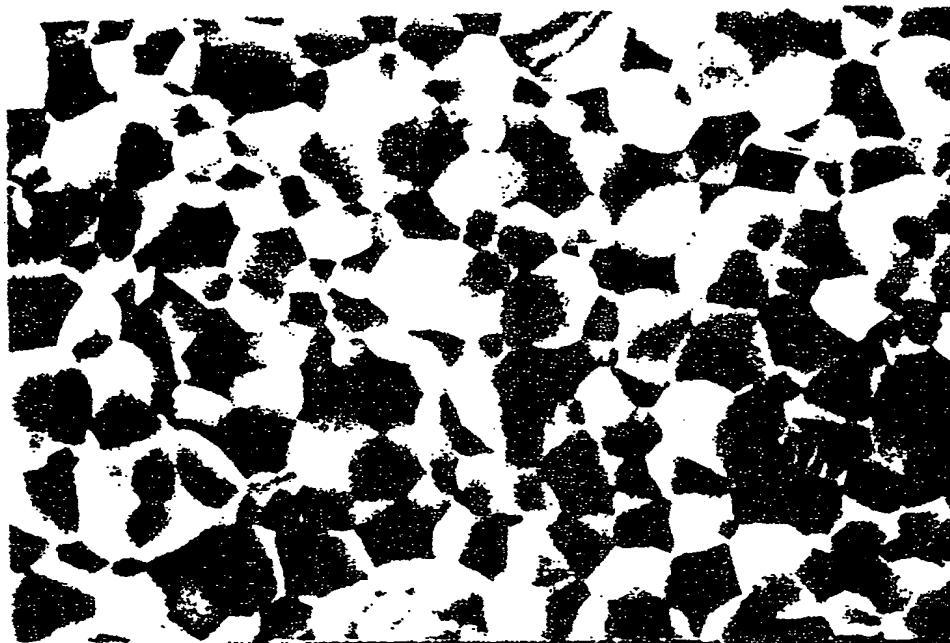
【図 9】



【図 10】



【図 1 1】



特 2 0 0 0 - 0 4 8 2 6 2

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 機械的強度に優れ、その表面や側面からセラミック粒子が脱落してパーティクルが発生することがない窒化アルミニウム焼結体を提供する。

【解決手段】 イオウを含有していることを特徴とする窒化アルミニウム焼結体

。

【選択図】 なし

特 2 0 0 0 - 0 4 8 2 6 2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 0 4 8 2 6 2
受付番号	5 0 0 0 0 2 1 5 0 0 5
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 2 年 2 月 2 5 日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 2月24日
-------	-------------

次頁無

特2000-048262

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000158]

1. 変更年月日	1990年 8月29日
[変更理由]	新規登録
住 所	岐阜県大垣市神田町2丁目1番地
氏 名	イビデン株式会社